

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-240715

(43)Date of publication of application : 17.09.1996

(51)Int.Cl.

G02B 5/30  
B29D 7/01  
C08K 3/16  
C08K 3/38  
C08L 29/04  
C09B 35/362  
C09B 45/24  
// B29K 29:00

(21)Application number : 07-044171

(71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 03.03.1995

(72)Inventor : HAYASHI SHIGETOSHI

MATSUMOTO KOJI

KURATA NOBUYUKI

FUJITA FUMIO

## (54) PRODUCTION OF POLARIZING FILM

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a polarizing film high in contrast by uniaxially orienting a specific polyvinyl alcohol film, by a dry system and applying the adsorption/ orientation, then applying a high temp. boric acid-containing aq. solution treatment.

CONSTITUTION: A film consisting of the polyvinyl alcohol having polymerization degree of 2000-10000 is uniaxially oriented, subjected to iodine or dye adsorption/ orientation and subjected to the boric acid-containing aq. solution treatment of 70-85° C. The polyvinyl alcohol having the polymerization degree of 2000-100000, preferably 2000-5000 is used. The saponification value is, for example, 85-100mol%, preferably 98-100mol%. The method for adsorbing and orienting iodine in the film consisting of the polyvinyl alcohol is, for example, by dipping the film consisting of the uniaxial oriented polyvinyl alcohol film in an aq. solution of iodine and potassium iodide. Each quantity of iodine and potassium iodide is respectively 0.01-0.5 pts.wt. and 0.5-10 pts.wt. per 100 pts.wt. water.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 05.12.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 05.08.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2003-17136

[Date of requesting appeal against examiner's] 04.09.2003

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-240715

(43) 公開日 平成8年(1996)9月17日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 B 5/30			G 0 2 B 5/30	
B 2 9 D 7/01		7726-4F	B 2 9 D 7/01	
C 0 8 K 3/16			C 0 8 K 3/16	
			3/38	
C 0 8 L 29/04	L G M		C 0 8 L 29/04	L G M
審査請求 未請求 請求項の数8 O L (全 13 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平7-44171

(22) 出願日 平成7年(1995)3月3日

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 林 成年

大阪府高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株式会社内

(72) 発明者 松元 浩二

大阪府高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株式会社内

(72) 発明者 藤田 信行

大阪府高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 久保山 隆 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 偏光フィルムの製造法

(57) 【要約】

【目的】 高コントラストの偏光フィルムの製造法を提供する。

【構成】 重合度が2000~10000のポリビニルアルコールからなるフィルムを、乾式で一軸延伸し、次にヨウ素または染料を吸着配向させ、そして70℃~85℃のホウ酸含有水溶液で浸漬処理することを特徴とする。

(2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 重合度が2000～10000のポリビニルアルコールからなるフィルムを、乾式で一軸延伸し、次にヨウ素または染料を吸着配向させ、そして70℃～85℃のホウ酸含有水溶液で浸漬処理することと特徴とする偏光フィルムの製造法。

【請求項2】 ホウ酸含有水溶液による浸漬処理が、水100重量部に対してホウ酸2～15重量部を含むホウ酸含有水溶液を用い、100～1200秒間浸漬する請求項1記載の製造法。

【請求項3】 ホウ酸含有水溶液に、水100重量部に対してヨウ化カリウム2～20重量部を含む請求項2記載の製造法。

【請求項4】 ヨウ素の吸着配向を、水100重量部に対してヨウ素0.01～0.5重量部、ヨウ化カリウム0.5～10重量部を含む水溶液に20℃～30℃で浸漬して行う請求項1記載の製造法。

【請求項5】 染料の吸着配向を、水100重量部に対して染料0.0001～1重量部を含む水溶液又は水100重量部に対して染料0.0001～1重量部および

【請求項6】 乾式による一軸延伸を、ポリビニルアルコールからなるフィルムを、温度がポリビニルアルコールのガラス転移温度～160℃である一対の加熱ロール間をポリビニルアルコールからなるフィルムを通過させて4～8倍に圧縮延伸させて行う請求項1記載の製造

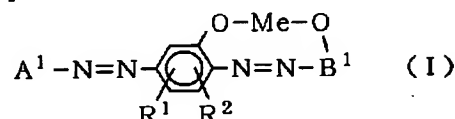
\* 法。

【請求項7】 乾式による一軸延伸を、ポリビニルアルコールからなるフィルムを後方に張力を付与しつつ、駆動する加熱ロールに接触させて行う請求項1記載の製造法。

【請求項8】 染料が、下記の(A)、(B)、(C)及び(D)の群から選ばれた少なくとも一種の染料である請求項1記載の製造法。

(A) : 遊離酸の形で下式(I)、

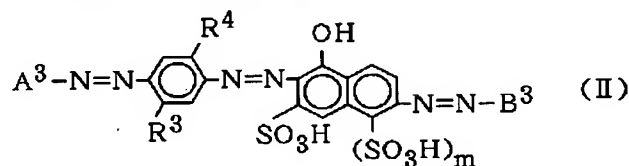
10 【化1】



(式中、Meは銅、ニッケル、亜鉛又は鉄を表す。A<sup>1</sup>は置換されていてもよいフェニル基又はナフチル基を表す。B<sup>1</sup>は金属と錯結合している水酸基の隣接位置においてアゾ基と結合しており、置換されていてもよい1-ナフトール基又は2-ナフトール基を表す。R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>は、それぞれ独立に、水素原子、炭素数1～4のアルキル基、低級アルコキシ基、カルボン酸基、スルホン酸基、スルホンアミド基、スルホンアルキルアミド基、アミノ基、アシルアミノ基、ハロゲン原子、ニトロ基を表す。)で示される染料からなる群;

(B) : 遊離酸の形で下式(II)、

【化2】



(式中、A<sup>3</sup>及びB<sup>3</sup>はそれぞれ独立に置換されていてよいフェニル又はナフチル基を表し、R<sup>3</sup>及びR<sup>4</sup>はそれぞれ独立に水素原子、炭素数1～4のアルキル基、低級アルコキシ基、カルボン酸基、スルホン酸基、スル

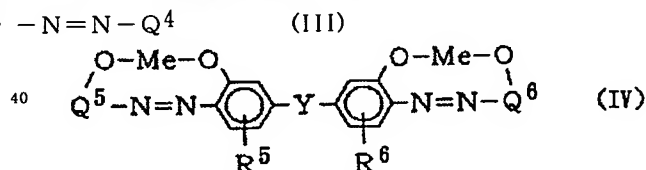
※ Q<sup>1</sup>-N=N-Q<sup>2</sup>-X-Q<sup>3</sup>-N=N-Q<sup>4</sup> (III)

(式中、Q<sup>1</sup>及びQ<sup>4</sup>はそれぞれ独立に、無置換のもしくは置換されたフェニル又は無置換のもしくは置換されたナフチルを表し、Q<sup>2</sup>及びQ<sup>3</sup>はそれぞれ独立に、無置換の又は置換されたフェニレンを表し、そしてXは-N=N-又は-N(→O)=N-を表すが、ただし、Xが-N=N-で、かつQ<sup>2</sup>及びQ<sup>3</sup>が両方とも無置換のフェニレンである場合、Q<sup>1</sup>及びQ<sup>4</sup>が同時に、アルキル置換アミノを有し、追加の基で置換されていないか、又はさらにメチルで置換されたフェニルであることはない)で示される染料、及び下式(IV)、

【化3】

※ ホンアミド基、スルホンアルキルアミド基、アミノ基、アシルアミノ基、ハロゲン原子、ニトロ基を表し、mは0又は1を表す)で示される染料からなる群;

(C) : 遊離酸の形で下式(III)、



(式中、Meは銅、ニッケル、亜鉛及び鉄から選ばれれる遷移金属を表し、Q<sup>5</sup>及びQ<sup>6</sup>はそれぞれ独立に、無置換のもしくは置換された1-ナフトール残基又は無置換のもしくは置換された2-ナフトール残基を表し、該ナフトール残基のヒドロキシはアゾ基の隣接位にあって、Meで表される遷移金属と錯結合しており、Yは-N=N-又は-N(→O)=N-を表し、そしてR<sup>5</sup>及

50

(3)

びR<sup>6</sup>はそれぞれ独立に、水素、低級アルキル、低級アルコキシ又はスルホを表す)で示される染料からなる群;

(D): シー・アイ・ダイレクト・イエロー12、シー・アイ・ダイレクト・ブルー202、シー・アイ・ダイレクト・レッド31、シー・アイ・ダイレクト・バイオレット9、シー・アイ・ダイレクト・イエロー44、シー・アイ・ダイレクト・イエロー28、シー・アイ・ダイレクト・オレンジ107、シー・アイ・ダイレクト・レッド79、シー・アイ・ダイレクト・ブルー71、シー・アイ・ダイレクト・ブルー78、シー・アイ・ダイレクト・レッド2、シー・アイ・ダイレクト・レッド81、シー・アイ・ダイレクト・バイオレット51、シー・アイ・ダイレクト・オレンジ26、シー・アイ・ダイレクト・レッド247、シー・アイ・ダイレクト・ブルー168、シー・アイ・ダイレクト・グリーン85、シー・アイ・ダイレクト・ブラウン223、シー・アイ・ダイレクト・ブラウン106、シー・アイ・ダイレクト・イエロー142及びシー・アイ・ダイレクト・ブルー1からなる群;

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、高透過率及び高偏光度、即ち高コントラストのヨウ素系偏光フィルム及び染料系偏光フィルムの製造法に関する。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】偏光フィルムとしては、ポリビニルアルコールからなるフィルムを基材として用いたポリビニルアルコール系偏光フィルムが広く使用されており、ポリビニルアルコールとしては、例えば、酢酸ビニルを重合して得られたポリ酢酸ビニルをケン化することにより得られるものであって、場合により共重合可能な成分、例えば少量の不飽和カルボン酸類、オレフィン類、ビニルエーテル類、不飽和スルホン酸塩等を共重合させたものが用いられている。

【0003】ポリビニルアルコールを基材樹脂として用いたポリビニルアルコール系偏光フィルムは、染料を吸着配向させた染料系偏光フィルムとヨウ素を吸着配向させたヨウ素系偏光フィルムに大別される。このようなポリビニルアルコール系偏光フィルムは液晶表示装置の構成部材として用いられる。一般的に言って、ヨウ素系偏光フィルムは偏光性能は染料系偏光フィルムにまさるが、耐久性は劣り、これらは目的に応じて適宜選択されて用いられる。

【0004】近年、ノート型ワープロやパソコン、液晶テレビ、各種工業計器類など、液晶表示装置の利用分野の拡大と大面積化に伴い、偏光フィルムの需要は著しく増大している。それに伴い、偏光フィルムの光学性能に対する要求も一段と厳しくなっている。ノート型ワー

4

プロやパソコン、液晶テレビでは表示画面を明るく見やすくするために、高透明で高偏光度、即ち高コントラストの偏光フィルムが要求されている。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、かかる課題を解決するため鋭意検討を行った結果、高重合度のポリビニルアルコールフィルムを用い、乾式で一軸延伸し、二色性色素を吸着配向させ、次いで高温ほう酸含有水溶液処理することにより、高コントラストの偏光フィルムが得られることを見出し、本発明に到達した。

【0006】すなわち本発明は、重合度2000~10000のポリビニルアルコールからなるフィルムを乾式で一軸延伸し、次にヨウ素または染料を吸着配向させ、そして70℃~85℃のほう酸含有水溶液で処理することの特徴とする偏光フィルムの製造法に関するものである。

【0007】以下、本発明を詳細に説明する。ポリビニルアルコールは重合度2000~10000、好ましくは2000~5000のものが用いられる。ケン化度は、例えば、85~100モル%程度であり、好ましくは98~100モル%である。

【0008】ポリビニルアルコールからなるフィルムを製造する方法は特に限定されず、通常公知の方法を使用することができる。ポリビニルアルコールからなるフィルムの厚みは特に限定されない。例えば、50μm~150μm程度である。

【0009】ポリビニルアルコールからなるフィルムを一軸延伸する方法は乾式延伸法が採用される。この方法としては、例えば公知の一对の加熱ロール間を通過させて圧縮延伸させる方法、フィルムに後方張力を付与しつつ、駆動する加熱ロールに接触させ、縦一軸に配向させる方法等が挙げられる。加熱ロールの温度はポリビニルアルコールのガラス転移温度~160℃、好ましくは80~120℃で行なわれる。この方法でポリビニルアルコールフィルムを4倍以上、好ましくは4~8倍に延伸される。

【0010】ポリビニルアルコールからなるフィルムにヨウ素を吸着配向させる方法は特に限定されない。例えば、一軸延伸したポリビニルアルコールからなるフィルムを、ヨウ素とヨウ化カリウムの水溶液に浸漬する方法が用いられる。ヨウ素とヨウ化カリウムの量は、例えば、水100重量部に対しヨウ素0.01~0.5重量部、ヨウ化カリウム0.5~10重量部程度である。水溶液の温度は例えば20~30℃程度である。

【0011】染料を一軸延伸されたポリビニルアルコールからなるフィルムに吸着配向させる方法は特に限定されない。例えば、染料水溶液に一軸延伸されたポリビニルアルコールからなるフィルムを浸漬する方法が挙げられる。染料水溶液中の染料の量は特に限定されない。例えば、水100重量部に対して0.0001~10重量

(4)

部、好ましくは0.001~1重量部程度である。必要により染料水溶液に染色助剤を加えても良い。例えば、ぼう硝を水100重量部に対して1~10重量部程度含有させておくことが好ましい。染料水溶液の温度は30~85℃、好ましくは50~80℃の範囲である。一軸延伸されたポリビニルアルコールからなるフィルムはヨウ素または染料を吸着配向させるに先立って、水への浸漬処理を行っておくことが好ましい。

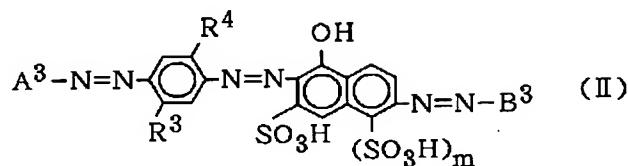
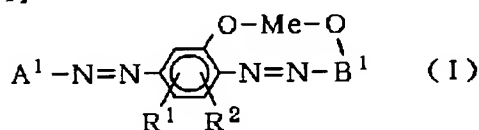
【0012】染料の種類は特に限定されない。二色性比の高いものが好ましく用いられる。例えば、下記の

(A)、(B)、(C)及び(D)の群から選択される。

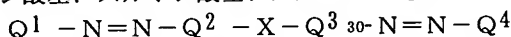
【0013】(A)：遊離酸の形で下式(I)、

【0014】

【化4】



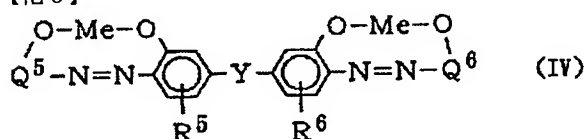
(式中、 $\text{A}^3$ 及び $\text{B}^3$ はそれぞれ独立に置換されていて、もよいフェニル又はナフチル基を表し、 $\text{R}^3$ 及び $\text{R}^4$ はそれぞれ独立に水素原子、炭素数1~4のアルキル基、低級アルコキシ基、カルボン酸基、スルホン酸基、スル\*



(式中、 $\text{Q}^1$ 及び $\text{Q}^4$ はそれぞれ独立に、無置換のもしくは置換されたフェニル又は無置換のもしくは置換されたナフチルを表し、 $\text{Q}^2$ 及び $\text{Q}^3$ はそれぞれ独立に、無置換の又は置換されたフェニレンを表し、そしてXは $-\text{N}=\text{N}-$ 又は $-\text{N}(\rightarrow\text{O})=\text{N}-$ を表すが、ただし、Xが $-\text{N}=\text{N}-$ で、かつ $\text{Q}^2$ 及び $\text{Q}^3$ が両方とも無置換のフェニレンである場合、 $\text{Q}^1$ 及び $\text{Q}^4$ が同時に、アルキル置換アミノを有し、追加の基で置換されていないか、又はさらにメチルで置換されたフェニルであることはない)で示される染料、及び下式(IV)、

【0018】

【化6】



(式中、Meは銅、ニッケル、亜鉛及び鉄から選ばれる遷移金属を表し、 $\text{Q}^5$ 及び $\text{Q}^6$ はそれぞれ独立に、無置換のもしくは置換された1-ナフトール残基又は無置換

6

(式中、Meは銅、ニッケル、亜鉛又は鉄を表す。 $\text{A}^1$ は置換されていてよいフェニル基又はナフチル基を表す。 $\text{B}^1$ は金属と錯結合している水酸基の隣接位置においてアゾ基と結合しており、置換されていてよい1-ナフトール基又は2-ナフトール基を表す。 $\text{R}^1$ 及び $\text{R}^2$ は、それぞれ独立に、水素原子、炭素数1~4のアルキル基、低級アルコキシ基、カルボン酸基、スルホン酸基、スルホンアミド基、スルホンアルキルアミド基、アミノ基、アシルアミノ基、ハロゲン原子、ニトロ基を表す。)で示される染料からなる群；

【0015】(B)：遊離酸として下式(II)、

【0016】

【化5】

\* ホンアミド基、スルホンアルキルアミド基、アミノ基、アシルアミノ基、ハロゲン原子、ニトロ基を表し、mは0又は1を表す。)で示される染料からなる群；

【0017】(C)：遊離酸の形で下式(III)、

のもしくは置換された2-ナフトール残基を表し、該ナフトール残基のヒドロキシはアゾ基の隣接位にあって、Meで表される遷移金属と錯結合しており、Yは $-\text{N}=\text{N}-$ 又は $-\text{N}(\rightarrow\text{O})=\text{N}-$ を表し、そして $\text{R}^5$ 及び $\text{R}^6$ はそれぞれ独立に、水素、低級アルキル、低級アルコキシ又はスルホを表す)で示される染料からなる群；

【0019】(D)：シー・アイ・ダイレクト・イエロー12、シー・アイ・ダイレクト・ブルー202、シー・アイ・ダイレクト・レッド31、シー・アイ・ダイレクト・バイオレット9、シー・アイ・ダイレクト・イエロー44、シー・アイ・ダイレクト・イエロー28、シー・アイ・ダイレクト・オレンジ107、シー・アイ・ダイレクト・レッド79、シー・アイ・ダイレクト・ブルー71、シー・アイ・ダイレクト・ブルー78、シー・アイ・ダイレクト・レッド2、シー・アイ・ダイレクト・レッド81、シー・アイ・ダイレクト・バイオレット51、シー・アイ・ダイレクト・オレンジ26、シー・アイ・ダイレクト・レッド247、シー・アイ・ダイレクト・ブルー168、シー・アイ・ダイレクト・グリーン85、シー・アイ・ダイレクト・ブラウン223、

(5)

8

シー・アイ・ダイレクト・ブラウン106、シー・アイ・ダイレクト・イエロー142及びシー・アイ・ダイレクト・ブルー1からなる群；

【0020】本発明において、染料として前記(A)、(B)、(C)および(D)の群から選ばれる染料を少なくとも1種用いられる。2種以上用いる場合、(A)の群に含まれる染料のみが2種以上であっても、(B)の群に含まれる染料のみが2種以上であっても、(C)の群に含まれる染料のみが2種以上であっても、また(D)の群に含まれる染料のみが2種以上であってもよい。もちろん、異なる群に含まれる染料を2種以上組み合わせることも可能である。

【0021】式(I)及び式(IV)で示される染料は、それぞれ銅錯塩であることが好ましい。すなわち、式

(I)及び式(IV)において、Meは好ましくは銅である。

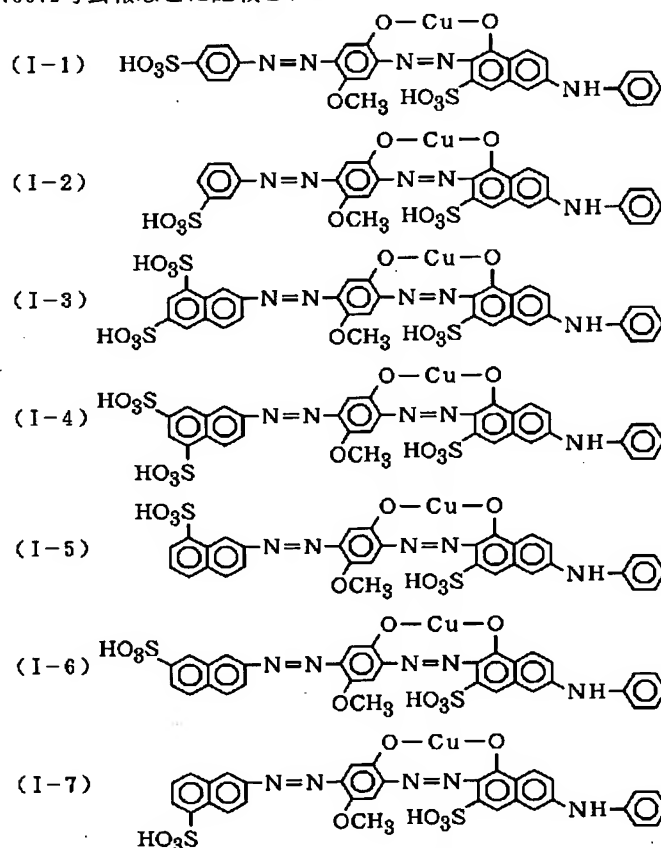
【0022】式(I)のジスアゾ染料は、例えば西ドイツ公開特許第3236238号や特公昭64-5623号公報などに記載される公知の方法に準じ、通常のアゾ化、カップリングおよび金属錯塩化工程を経て、製造することができる。一方、式(II)のトリスアゾ染料およびその銅錯塩染料は、例えば特開平2-75672号公報などに記載され\*

\*る公知の方法に準じ、通常のアゾ化およびカップリング工程を経て、また銅錯体とする場合はさらに通常の銅錯塩化工程を経て、製造することができる。式(III)及び式(IV)の染料は通常のアゾ化、カップリング工程およびグルコース還元工程(例えば、Ind. Eng. Chem., 27 1045 (1935)やJ. Am. Chem. Soc., 73 1323 (1951))を経て、製造することができる。

【0023】本発明で用いる(A)群を構成する式(I)の染料ならびに、(B)群を構成する式(II)の染料および(C)群を構成する式(III)および式(IV)の染料、ならびにその銅錯塩染料の好適な具体例としては、それぞれ遊離酸の形で以下の式(I-1)~(I-24)、(II-1)~(II-11)、(III-1)~(III-22)で示されるものが挙げられる。これらは、通常ナトリウム塩の形で用いられるが、もちろん遊離酸の形で、あるいはリチウム塩やカリウム塩のような他のアルカリ金属塩、アンモニウム塩、さらにはエタノールアミン塩やアルキルアミン塩のようなアミン塩の形で用いることも可能である。

【0024】

【化7】



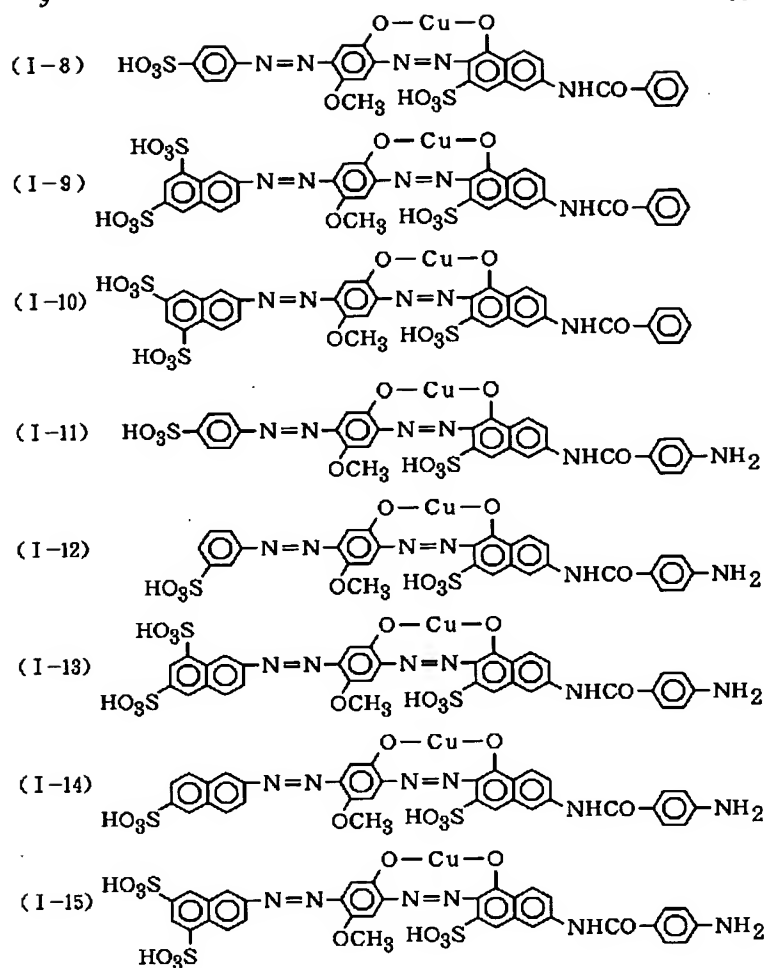
【0025】

【化8】

(6)

9

10



【0026】

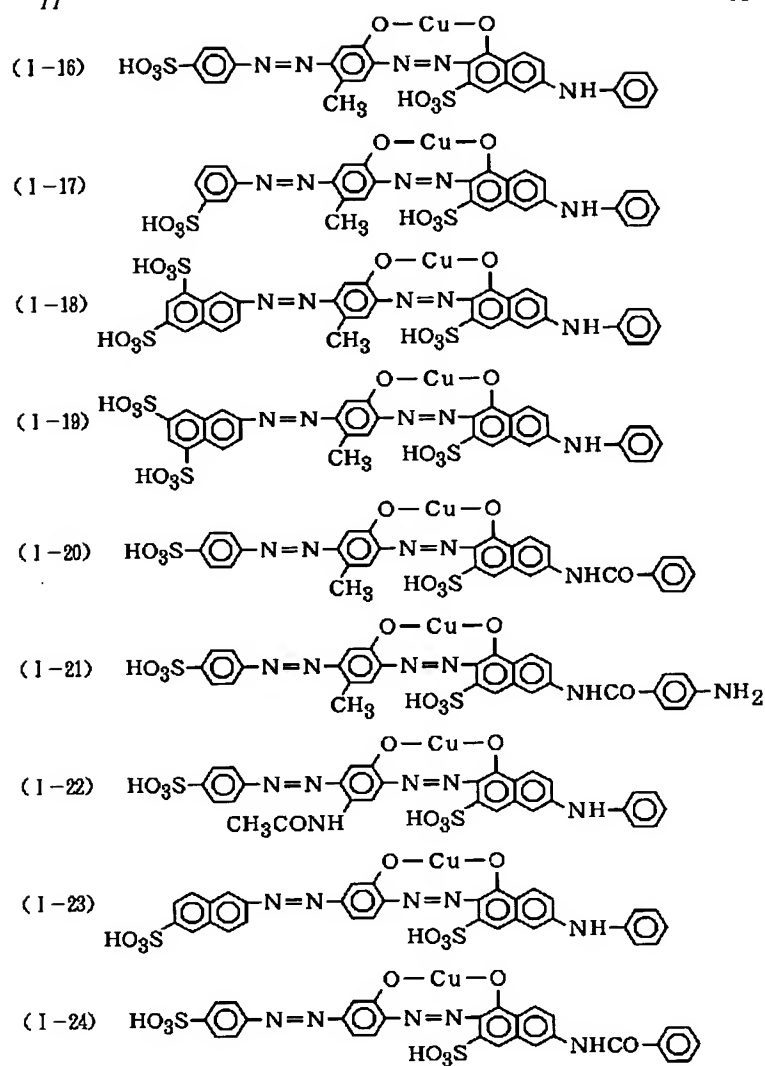
【化9】



(7)

11

12



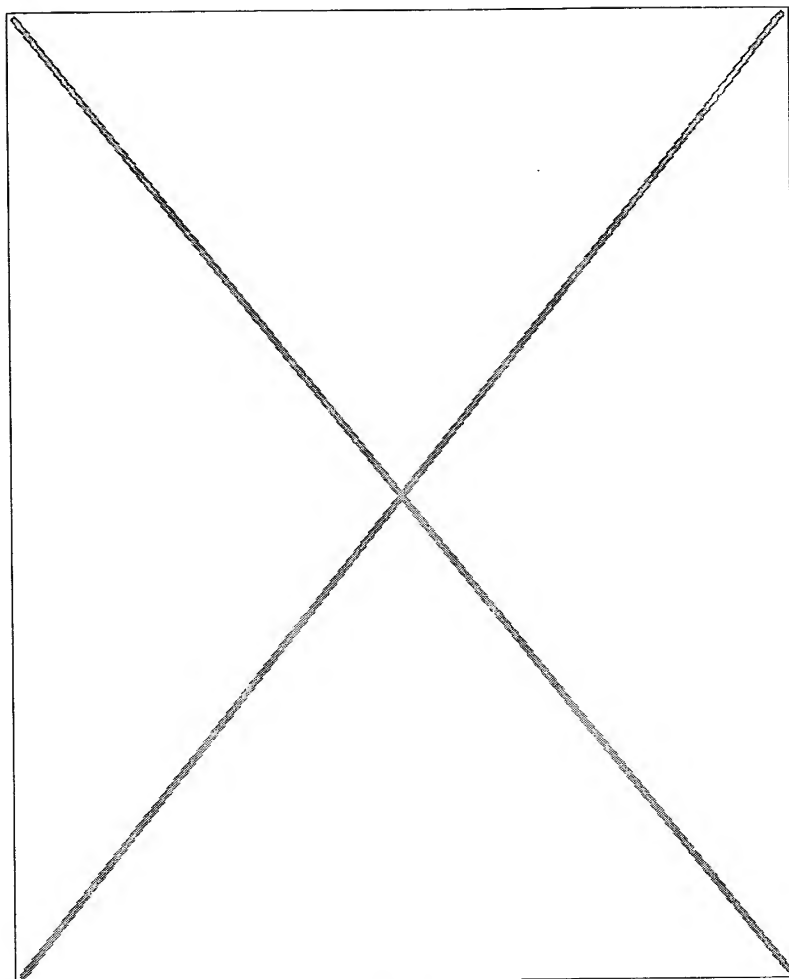
【0027】

【化10】

(8)

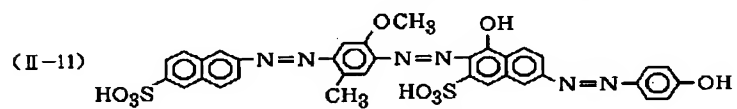
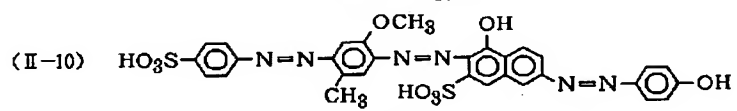
13

14



【0028】

\* \* 【化11】



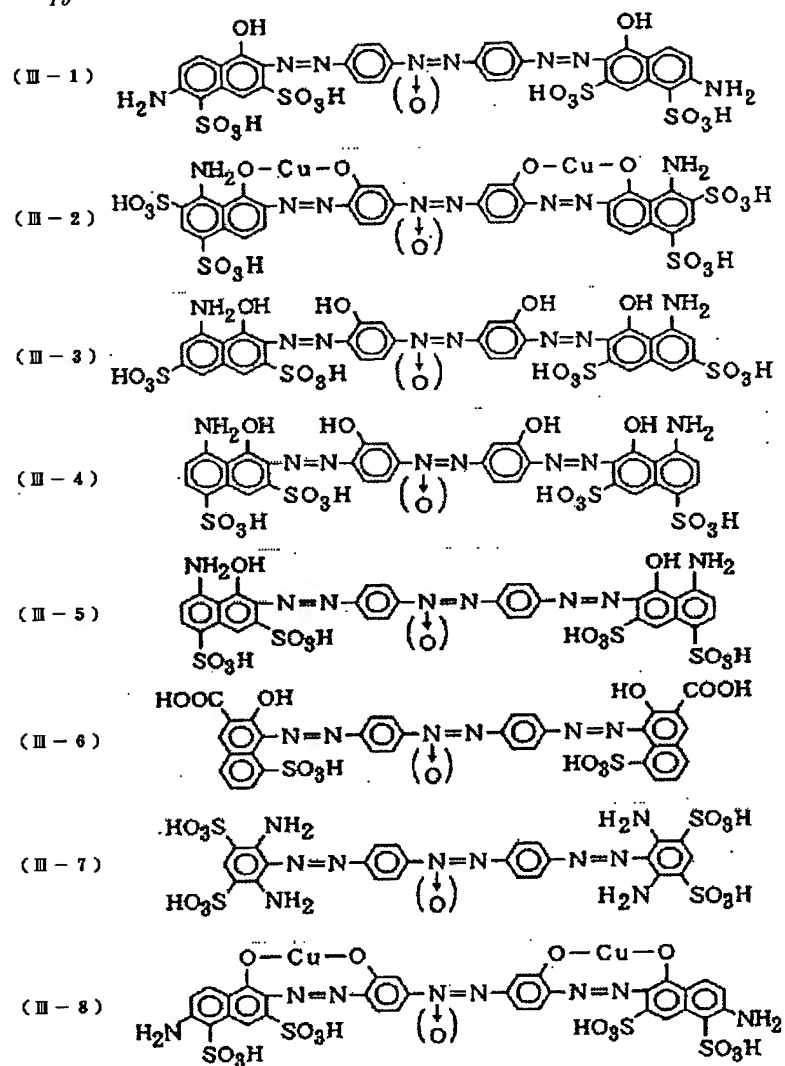
【0029】

【化12】

(9)

15

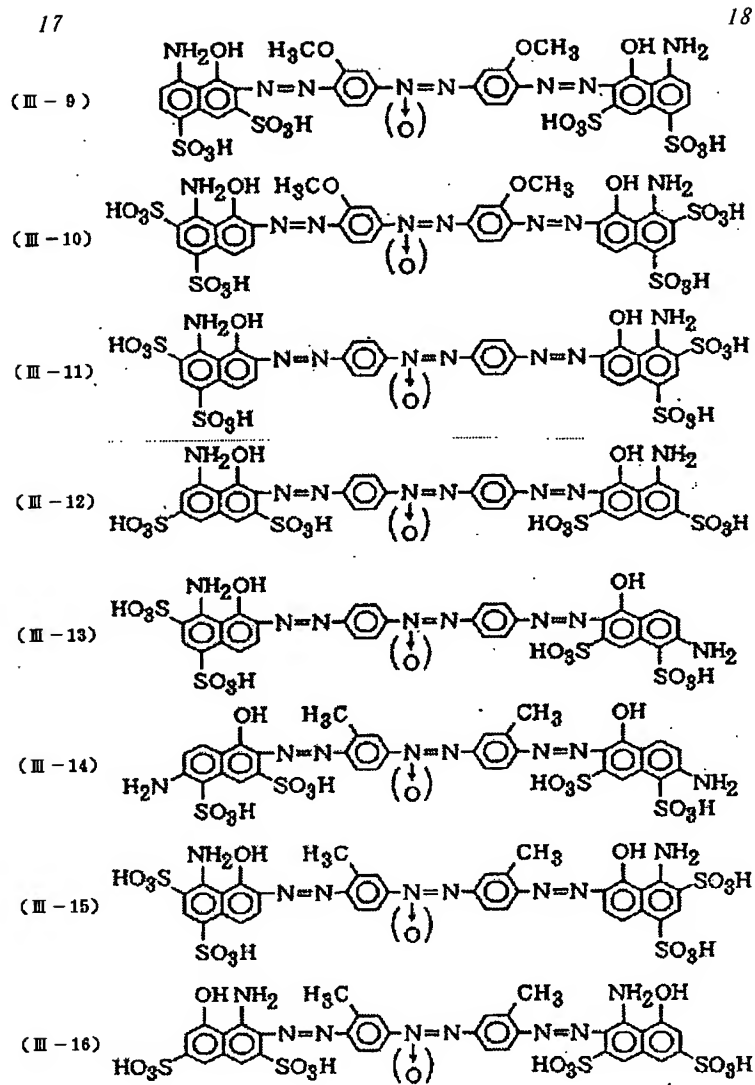
16



【0030】

【化13】

(10)



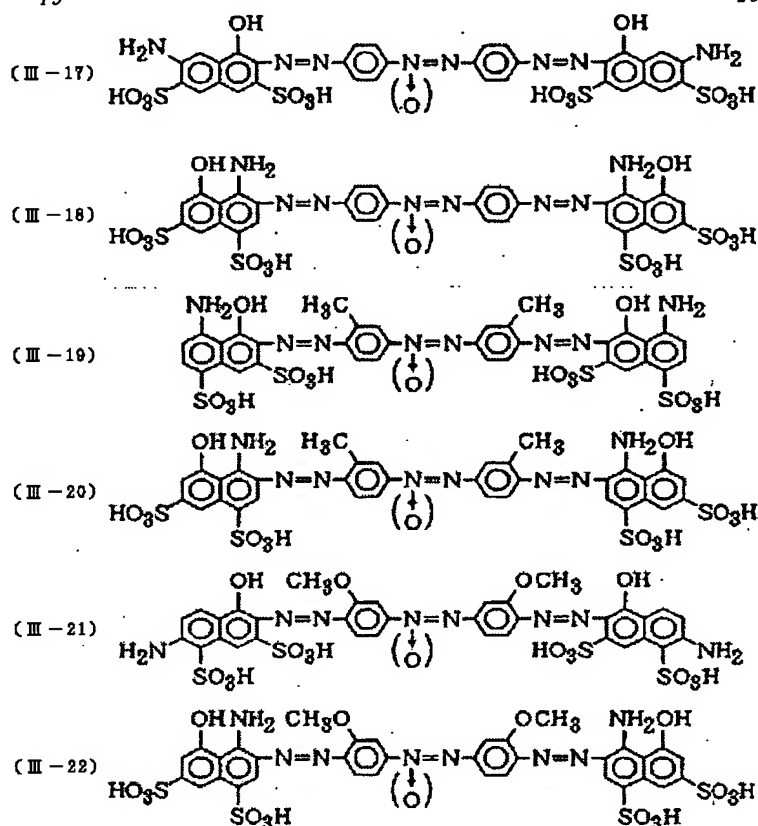
【0031】

【化14】

(11)

19

20



【0032】ヨウ素または染料を吸着配向させた一軸延伸したポリビニルアルコールフィルムのホウ酸含有水溶液での処理はホウ酸含有水溶液に浸漬して行なわれる。ホウ酸含有水溶液のホウ酸の量は特に限定されない。例えば水100重量部に対しホウ酸2～15重量部程度であり、好ましくは水100重量部に対しホウ酸5～12重量部である。ヨウ素を吸着配向させたフィルムをホウ酸含有水溶液で処理する場合は、ホウ酸含有水溶液にヨウ化カリウムを含有させることが好ましく、その量は例えば、水100重量部に対し2～20重量部程度、好ましくは5～15重量部である。

【0033】ホウ酸含有水溶液の温度は70℃以上85℃以下、好ましくは70℃～80℃、より好ましくは72℃～77℃の範囲である。ホウ酸含有水溶液で処理する時間は特に限定されない。例えば100～1200秒、好ましくは150～600秒、より好ましくは200～500秒間である。ホウ酸含有水溶液で処理した後は通常用いられている方法、例えば、水洗、乾燥等を行うことにより偏光フィルムが得られる。

【0034】偏光フィルムの少なくとも片面に保護膜を貼合することにより偏光板とすることができる。保護膜としては、例えば、セルロースアセテート系フィルム、アクリル系フィルム、ポリエステル系樹脂フィルム、ポリオレフィン系樹脂フィルム、ポリカーボネート系フィルム、ポリアリレート系フィルム、ポリエーテルサルホン系フィルム等が挙げられる。

【0035】

【発明の効果】本発明によれば、従来のヨウ素系偏光フィルム、染料系偏光フィルムに比べて、それぞれ高透明で高偏光度、即ち高コントラストのヨウ素系偏光フィルム、染料系偏光フィルムを製造することができる。

【0036】

【実施例】以下、本発明を実施例を用いて説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。2枚の偏光フィルムをその吸収軸方向が同一になるように重ねた場合の透過率を平行位透過率 $T_p$ 、2枚の偏光フィルムをその吸収軸が直交するように重ねた場合の透過率を直交位透過率 $T_c$ とした。透過率 $T$ は、400～700nmの波長領域で10nmおきに求めた分光透過率 $\tau_\lambda$ から、次式により算出した。尚、式中 $P_\lambda$ は標準光(C光源)の分光分布、 $y_\lambda$ は2度視野X、Y、Z系に基づく等色関数である。分光透過率 $\tau_\lambda$ は分光光度計(東京電色製の測色計)を用いて測定した。

【0037】

【数式1】

$$T = \frac{\int_{400}^{700} P_\lambda \cdot y_\lambda \cdot \tau_\lambda d\lambda}{\int_{400}^{700} P_\lambda \cdot y_\lambda d\lambda}$$

コントラスト $Cr$ は平行位透過率 $T_p$ と直交位透過率 $T_c$ から次式で求めた。

$$Cr = T_p / T_c$$

(12)

21

## 【0038】実施例1

重合度2400のポリビニルアルコールからなるフィルム（厚さ75 $\mu$ m）を乾式法で一軸延伸（延伸温度：約100℃、延伸倍率：約5倍）し、偏光基材とした。この偏光基材を緊張状態に保ったままヨウ素／ヨウ化カリウム／水の重量比が0.075／5／100である水溶液に23℃で60秒間浸漬した。次に、ヨウ化カリウム／ホウ酸／水の重量比が6／7.5／100である73℃のホウ酸含有水溶液に300秒浸漬した。これを15℃の純水で15秒間水洗した後、50℃の熱風で300秒間乾燥して偏光フィルムを得た。コントラストCrは333であった。

## 【0039】実施例2

重合度4000のポリビニルアルコールからなるフィルム（厚さ75 $\mu$ m）を用いた以外は実施例1と同様に行なった。コントラストCrは1000であった。

22

## \* 【0040】実施例3

ホウ酸含有水溶液への浸漬時間を150秒にした以外は実施例2と同様に行なった。コントラストCrは500であった。

## 【0041】比較例1

重合度1750のポリビニルアルコールからなるフィルム（厚さ75 $\mu$ m）を用い、ホウ酸含有水溶液の処理温度を68℃とした以外は実施例1と同様に行なった。コントラストCrは166であった。

## 【0042】比較例2

重合度2400のポリビニルアルコールからなるフィルム（厚さ75 $\mu$ m）を用い、ホウ酸含有水溶液の処理温度を65℃とした以外は実施例1と同様に行なった。コントラストCrは100であった。

## 【0043】

## 【表1】

	ポリビニル アルコールの 重合度	ホウ酸含有水処理		偏光フィルムの コントラスト
		温度（℃）	時間（秒）	
実施例1	2400	73	300	333
実施例2	4000	73	300	1000
実施例3	4000	73	150	500
比較例1	1750	68	300	166
比較例2	2400	65	300	100

## 【0044】実施例4

重合度4000のポリビニルアルコールからなるフィルム（厚さ75 $\mu$ m）を乾式法で一軸延伸（延伸温度：約100℃、延伸倍率：約4倍）し、偏光基材とした。この偏光基材を緊張状態に保ったまま60℃の水に60秒間浸漬した後、水100重量部、染料としてシー・アイ・ダイレクト・バイオレット・9、0.025重量部及びぼう硝2重量部からなる65℃の水溶液に50秒間浸漬して染料を吸着配向させた。次に、水100重量部及びぼう酸7.5重量部からなる75℃の水溶液に300秒間浸漬した。浸漬後、水洗、乾燥して偏光フィルムを得た。コントラストは142であった。

## 【0045】実施例5

染料水溶液への浸漬時間を60秒とし、ほう酸含有水溶液の温度を73℃とした以外は実施例4と同様にして偏光フィルムを得た。コントラストは71であった。

## 【0046】実施例6

重合度2400のポリビニルアルコールからなるフィル

ム（厚さ75 $\mu$ m）を用い、延伸倍率を約5倍とし、ほう酸含有水溶液の温度を73℃とした以外は実施例4と同様にして偏光フィルムを得た。コントラストは83であった。

## 【0047】比較例3

重合度1750のポリビニルアルコールからなるフィルム（厚さ75 $\mu$ m）を用い、延伸倍率を約5倍とし、染料水溶液への浸漬時間を60秒とし、ほう酸含有水溶液の温度を69℃とした以外は実施例4と同様にして偏光フィルムを得た。コントラストは35であった。

## 【0048】比較例4

重合度1750のポリビニルアルコールからなるフィルム（厚さ75 $\mu$ m）を用い、染料水溶液への浸漬時間を60秒間とし、ほう酸含有水溶液の温度を65℃とした以外は実施例4と同様にして偏光フィルムを得た。コントラストは29であった。

## 【0049】

## 【表2】

(13)

23

24

	ポリビニル アルコールの 重合度	ホウ酸含有水処理		偏光フィルムの コントラスト
		温度 (℃)	時間 (秒)	
実施例 4	4 0 0 0	7 5	3 0 0	1 4 2
実施例 5	4 0 0 0	7 3	3 0 0	7 1
実施例 6	2 4 0 0	7 3	3 0 0	8 3
比較例 3	1 7 5 0	6 9	3 0 0	3 5
比較例 4	1 7 5 0	6 5	3 0 0	2 9

---

 フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

弁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 9 B 35/362

C 0 9 B 35/362

45/24

45/24

B

// B 2 9 K 29:00

(72) 発明者 藤田 文男

 大阪府高槻市塚原 2 丁目 10 番 1 号 住友化  
 学工業株式会社内